

Requested Patent: FR2657351A1

Title: ORGANOSILICON COMPOUND

Abstracted Patent: FR2657351

Publication Date: 1991-07-26

Inventor(s): KOJI SAKUTA; SATOSHI KUWATA

Applicant(s): SHINETSU CHEMICAL CO (JP)

Application Number: FR19910000637 19910121

Priority Number(s): JP19900012874 19900122

IPC Classification: C07F7/08

Equivalents: JP1950309C, JP3217420, JP6074329B

ABSTRACT:

This invention describes a new organosilicon compound which is soluble in silicone oils and which strongly absorbs ultraviolet light. This organosilicon compound has a benzophenone framework represented by the general formula: in which n is an integer between 0 and 100, R denotes identical or different saturated hydrocarbon groups with a number of carbon atoms of between 1 and 30 or a phenyl group, R is a monofunctional organic group represented by the formula: $-(CR_2CR$

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 657 351

②1 N° d'enregistrement national : 91 00637

⑤1 Int Cl⁵ : C 07 F 7/08

⑫ DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 21.01.91.

③0 Priorité : 22.01.90 JP 1287490.

④3 Date de la mise à disposition du public de la
demande : 26.07.91 Bulletin 91/30.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Le rapport de recherche n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : Société dite: SHIN-ETSU CHEMICAL
CO., LTD. — JP.

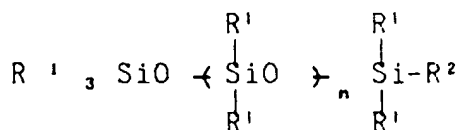
⑦2 Inventeur(s) : Sakuta Koji et Kuwata Satoshi.

⑦3 Titulaire(s) :

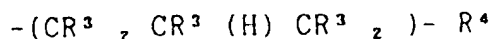
⑦4 Mandataire : Cabinet Netter.

⑤4 Composé organosilicique.

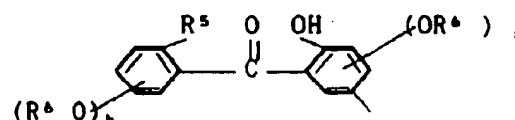
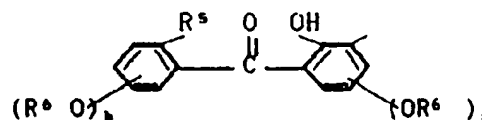
⑤7 Cette invention décrit un nouveau composé organosili-
cique soluble dans des huiles siliconées et absorbant forte-
ment la lumière ultraviolette. Ce composé organosilicique a
une ossature de benzophénone représentée par la formule
générale:



dans laquelle n est un nombre entier compris entre 0 et
100, R¹ désigne des groupes hydrocarbures saturés identi-
ques ou différents avec un nombre d'atomes de carbone
compris entre 1 et 30 ou un groupe phényle, R² est un
groupe organique monofonctionnel représenté par la for-
mule:



R³ est un atome d'hydrogène ou un groupe hydrocarbure
monofonctionnel saturé avec 1 à 5 atomes de carbone, et
R⁴ est un groupe représenté par la formule:



dans laquelle R⁵ est un atome d'hydrogène ou un groupe
hydroxyle, R⁶ désigne des atomes d'hydrogène ou des
groupes hydrocarbures saturés ou non saturés monofon-
ctionnels identiques ou différents avec 1 à 10 atomes de
carbone, a est un nombre entier compris entre 0 et 3, et b
est un nombre entier compris entre 0 et 4.

FR 2 657 351 - A1



Composé organosilicique

Cette invention concerne un composé organosilicique et en particulier un nouveau composé organosilicique, qui est soluble dans des huiles siliconées et qui absorbe fortement la lumière ultraviolette.

On a de façon conventionnelle utilisé des substances absorbant les ultraviolets avec une ossature de benzophénone comme agents de composition dans les domaines médicaux et cosmétiques, ou comme additifs pour divers plastiques. Comme cependant la dispersivité et la solubilité de ces substances absorbantes dans des substrats sont faibles, leur pourcentage dans un mélange est limité et il apparaît également un début de séparation du fait de la faible stabilité des dispersions. En outre, bien qu'on utilise des huiles siliconées dans de nombreux domaines différents, les composés de benzophénone sont particulièrement difficiles à dissoudre dans des huiles siliconées.

Pour éliminer ces inconvénients, on a introduit des ossatures de benzophénone dans des molécules de polysiloxane en transformant les composés ayant une telle ossature en leurs dérivés d'éthers alcoyliques avec des groupes hydrolysables tels que des groupes alcoxysilyle en utilisant le groupe hydroxyle phénolique, et en les hydrolysant avec des chlorosilanes ou des alcoxysilanes (Brevets japonais Kokai (Brevets japonais publiés non examinés) 21432/'82, 10591/'83, 213075/'83, 11130/'86 et 187740/'87).

On a également introduit des ossatures de benzophénone dans des molécules de polysiloxane en faisant réagir des isocyanates avec des groupes hydrolysables, tels que des groupes alcoxysilyle avec les groupes hydroxyles phénoliques de composants ayant une telle ossature pour obtenir des dérivés carbamoyloxy, et en les hydrolysant ensuite avec des chlorosilanes ou des alcoxysilanes (Brevet japonais Kokai 21390/'82).

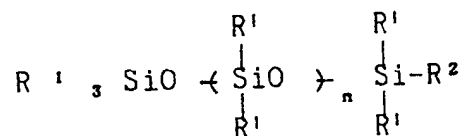
Toutefois, dans ces deux procédés, comme les dérivés avec une ossature de benzophénone ont un groupe alcoxysilyle, ils tendent également à être hydrolysés lorsqu'ils sont utilisés en mélange avec des polysiloxanes qui n'ont pas de groupes fonctionnels réactifs, et leur stabilité est faible. En particulier, lorsque ces composés avec des groupes hydrolysables sont utilisés dans des préparations médicales ou cosmétiques, on est confronté à un autre problème, à savoir que les substances produites par hydrolyse irritent la peau et les membranes muqueuses.

Bien qu'on ait de plus en plus utilisé ces dernières années des huiles siliconées dans des préparations médicales et cosmétiques, on n'a toutefois pas encore obtenu un composé avec une ossature de benzophénone qui, non seulement est très soluble dans des huiles siliconées, mais qui n'a également pas de groupes hydrolysables et en conséquence est stable.

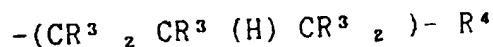
Après diverses recherches, les inventeurs de la présente invention ont découvert que, en introduisant des groupes organosiliciques ou des groupes organopolysiloxanes non réactifs dans l'ossature de benzophénone, le produit obtenu présentait une excellente solubilité dans des substrats, et notamment dans des huiles siliconées, et de ce fait ils sont arrivés à la présente invention.

En conséquence, le but de la présente invention est de procurer un nouveau produit absorbant les ultraviolets, caractérisé en ce qu'il a une ossature de benzophénone avec la propriété d'absorber la lumière ultraviolette, qui présente une excellente solubilité dans des substrats et notamment dans des huiles siliconées.

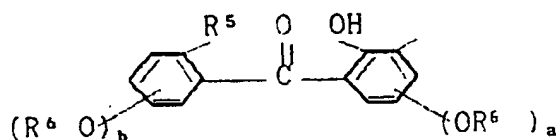
Le but précédent de cette invention est atteint par un composé organosilicique ayant une ossature de benzophénone représentée par la formule générale :



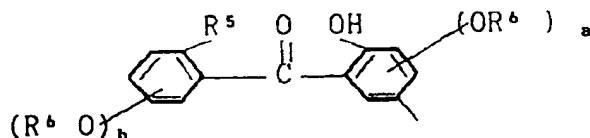
5 dans laquelle n est un nombre entier compris entre 0 et 100, R^1 désigne des groupes hydrocarbures saturés identiques ou différents avec un nombre d'atomes de carbone compris entre 1 et 30, ou un groupe phényle, R^2 est un groupe orga-
10 nique monofonctionnel représenté par la formule :



R^3 est un atome d'hydrogène ou un groupe hydrocarbure mono-
fonctionnel saturé avec 1 à 5 atomes de carbone, et R^4 est
15 un groupe représenté par la formule :



ou



30

R^5 est un atome d'hydrogène ou un groupe hydroxyle, R^6 sont
des atomes d'hydrogène ou des groupes hydrocarbures saturés
35 ou non saturés monofonctionnels identiques ou différents
avec 1 à 10 atomes de carbone, a est un nombre entier compris

entre 0 et 3, et b est un nombre entier compris entre 0 et 4.

Le composé organosilicique de cette invention, non seulement
5 présente un facteur d'absorption des ultraviolets élevé,
mais est également extrêmement soluble dans des huiles sili-
conées, et, si on l'ajoute à des huiles siliconées, il leur
confère aisément la caractéristique d'absorption des ultra-
violets. En outre, il ne possède pas de groupes alcoxysilyle
10 ou d'autres groupes réactifs, et en conséquence il est stable.
En outre, comme il n'irrite pas beaucoup la peau, il est
particulièrement utile pour être utilisé dans des prépara-
tions cosmétiques.

15 Sur le dessin :

- la figure 1 montre le spectre d'absorption infrarouge
du composé organosilicique de cette invention obtenu dans
l'exemple 1;

20

- la figure 2 montre le spectre d'absorption des ultra-
violets du composé organosilicique de cette invention obtenu
dans l'exemple 1;

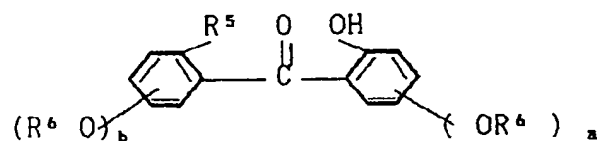
25 - la figure 3 montre le spectre d'absorption des infrarouges
du composé organosilicique de cette invention obtenu dans
l'exemple 2; et

- la figure 4 montre le spectre d'absorption des ultraviolets
30 du composé organosilicique de cette invention obtenu dans
l'exemple 2.

Le nouveau composé organosilicique de cette invention peut
aisément être synthétisé, après avoir obtenu un précurseur
35 allylique au moyen d'un réarrangement selon des procédés
connus, en effectuant une réaction d'hydrosilylation.

Le produit de départ absorbant les ultraviolets du type benzophénone est représenté par la formule générale :

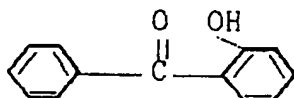
5



dans laquelle a est un nombre entier compris entre 0 et 3, et b est un nombre entier compris entre 0 et 4.

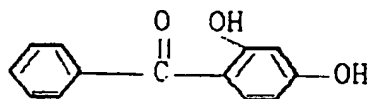
Des composés caractéristiques sont :

15



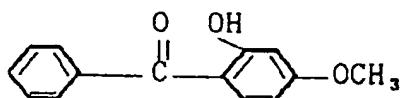
2-hydroxybenzophénone

20



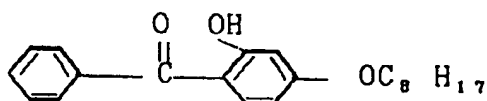
2,4-dihydroxybenzophénone

25



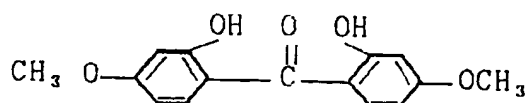
30

2-hydroxy-4-méthoxybenzophénone



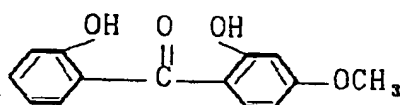
35

2-hydroxy-4-octoxybenzophénone



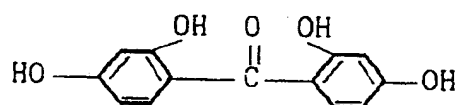
5

2,2'-dihydroxy-4,4'-diméthoxybenzophénone



10

2,2'-dihydroxy-4-méthoxybenzophénone



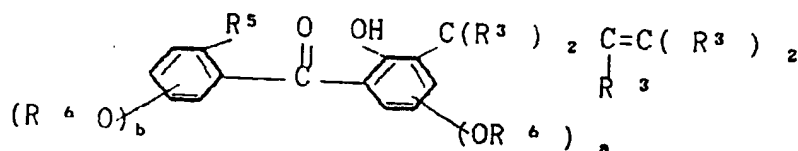
15

20

2,2',4,4'-tétrahydroxybenzophénone

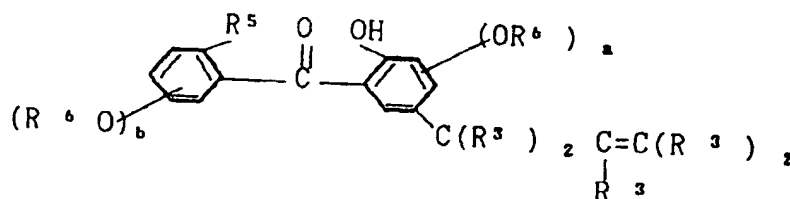
Ces composés de type benzophénone, après éthérification
allylique de la partie phénol dans des conditions basiques,
sont transformés en dérivés allyliques :

25



30

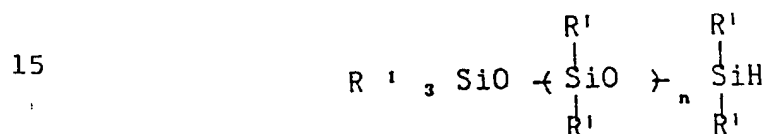
ou



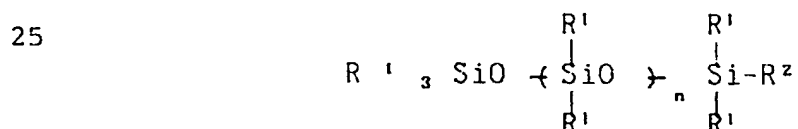
35

grâce à un réarrangement effectué par action de la chaleur. Pour promouvoir le réarrangement de l'éther allylique, une condition nécessaire est qu'au moins une position, soit ortho, soit para, contre le(s) groupe(s) OH phénolique(s) du composé de départ de type benzophénone, ne soit(soient) pas substituée(s).

Le dérivé de benzophénone ainsi obtenu subit ensuite une réaction d'addition avec un organohydrogénosilane ou un organohydrogénopolysiloxane représenté par la formule générale :



en présence d'un composé de platine, de palladium ou de rhodium en tant que catalyseur, de façon à obtenir le nouveau composé organosilicique de cette invention représenté par la formule générale :



Des exemples de groupes R^1 sont : des groupes hydrocarbures aliphatiques saturés tels que méthyle, éthyle, propyle, butyle, pentyle, hexyle, heptyle, octyle, nonyle et décyle; des groupes hydrocarbures alicycliques saturés, tel que cyclopentyle et cyclohexyle; des groupes hydrocarbures aromatiques tels que phényle et tolyle; et des groupes hydrocarbures halogénés tels que trifluoropropyle, nonafluorohexyle, heptadécafluorodécyle, chloropropyle et chlorophényle, mais il est souhaitable que la proportion de méthyle ne soit pas inférieure à 50%.

Le composé organosilicique de cette invention obtenu comme décrit ci-dessus a une ossature de benzophénone, qui absorbe la lumière ultraviolette. Il est en conséquence extrêmement utile pour de nombreuses applications différentes, telles

5 qu'agent de composition pour des préparations médicales et cosmétiques, additif pour des agents de polissage tels que des cires pour voitures, comme additif pour divers types de plastiques ou additif pour des revêtements de surfaces plastiques.

10

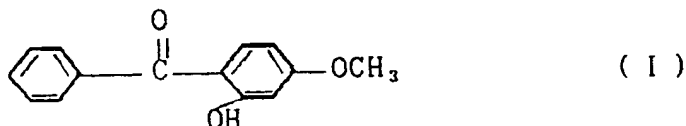
EXEMPLES

On va maintenant expliciter cette invention plus en détail en se reportant à des exemples spécifiques, mais il est

15 bien entendu que ces exemples ne limitent d'aucune manière l'invention.

EXEMPLE 1

20 On introduit dans un réacteur 45,6 g du réactif ci-dessous:



25

et 300 g de toluène, et le mélange est agité à la température ambiante pendant 30 mn en ajoutant progressivement 46,3 g d'une solution à 28% en poids de méthoxyde de sodium dans du méthanol au moyen d'un entonnoir goutte à goutte.

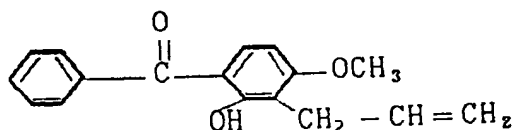
30 Le réacteur est chauffé à 100°C dans un bain d'huile tout en introduisant de l'azote gazeux, le réacteur est refroidi à la température ambiante après élimination de 48 g de solvant, et on ajoute ensuite progressivement 34,0 g de bromure d'allyle et 100 g de diméthylformamide au moyen de l'enton-

35 noir goutte à goutte.

Lorsque l'addition est terminée, le mélange est traité à reflux pendant 5 heures, et le sel obtenu est filtré et

lavé à l'eau. Le solvant restant est éliminé sous pression réduite, le résidu est chauffé à 240-245°C, sous une pression réduite de 4,7 kPa (35 mm Hg) pendant 1 heure, et ensuite distillé pour obtenir 46,2 g du dérivé d'allyle avec la

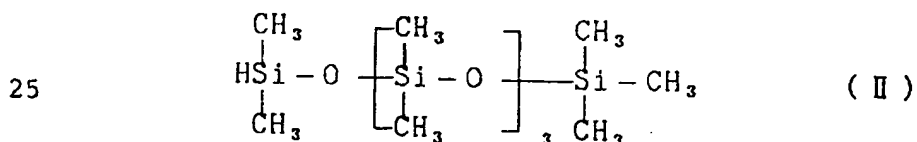
5 formule :



10

Le dérivé d'allyle obtenu est un liquide jaune transparent avec un point d'ébullition de 221-225°C (sous une pression réduite de 1,2 kPa (9 mm Hg)), et une viscosité de 677 cs à 25°C. On introduit 43,0 g du dérivé d'allyle précédent avec 100 g de toluène et avec 0,05 g d'une solution à 2% en poids d'acide chloroplatinique dans du 2-propanol dans le réacteur, et on ajoute progressivement 71,2 g du

20 réactif avec la formule ci-dessous, méthyl hydrogéo polysiloxane :



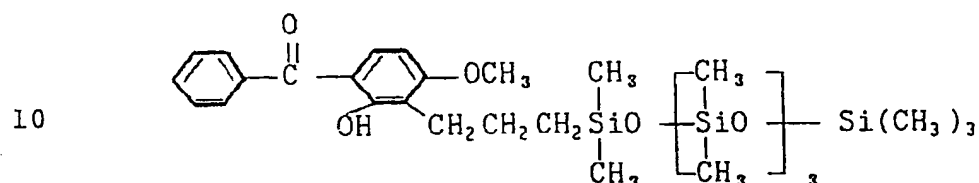
au moyen d'un entonnoir goutte à goutte après avoir élevé la température intérieure à 80°C. Lorsque l'addition est terminée, la température intérieure est maintenue à 80-90°C et le mélange est agité pendant 8 heures.

30

Lorsque le liquide de réaction a été refroidi à la température ambiante, on ajoute 0,5 g de charbon actif et on continue à agiter à la température ambiante pendant encore

35

- 2 heures. Après avoir éliminé le charbon actif par filtrage, le liquide est chauffé sous pression réduite de 0,67 kPa (5mmHg) à 150°C pendant 2 heures pour éliminer le solvant et le méthyl hydrogéné polysiloxane n'ayant pas réagi, pour obtenir
- 5 le composé organosilicique désiré :



- 15 Le produit, qui est obtenu avec un rendement de 98,0 g, est un liquide jaune transparent ayant une viscosité de 88,4 cs à 25°C.

- 20 Les spectres infrarouges et ultraviolets du produit sont représentés respectivement sur les figures 1 et 2.

La concentration du soluté de l'échantillon utilisé pour mesurer le spectre ultraviolet est 1,09 mg/100 ml d'éthanol.

- 25 En outre, la solubilité du composé organosilicique à température ambiante, lorsqu'il est ajouté à diverses huiles siliconées en une proportion de 10% en poids, est indiquée dans le Tableau 1.

- 30 Dans le Tableau 1, *1) représente le composé suivant :

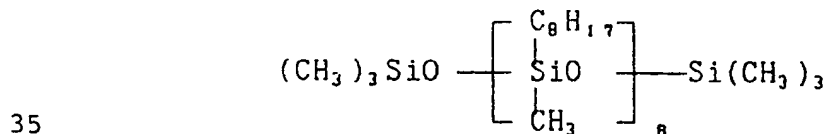


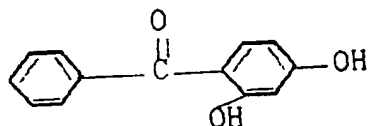
TABLEAU 1

Huile siliconée	Composé organosilicique de cette invention	
	Exemple 1 solution homogène (transparente)	Exemple 2 solution homogène (transparente)
Octaméthylcyclotétrasiloxane		
Diméthylpolysiloxane (viscosité 10 cs)	d°	d°
Diméthylpolysiloxane (viscosité 100 cs)	d°	d°
Diméthylpolysiloxane (viscosité 1000 cs)	d°	d°
Méthylphénylpolsiloxane (5 moles % de groupes phényle viscosité 200 cs)	d°	d°
Méthylphénylpolsiloxane (25 moles % de groupes phényle viscosité 400 cs)	d°	d°
Méthylalkylpolysiloxane *1) (viscosité 100 cs)	d°	d°
Méthyltrifluoropropylpolysiloxane (15 moles % de groupes trifluoropropyle viscosité 36 cs)	d°	d°

EXEMPLE 2

On introduit 50,0 g du réactif ci-dessous :

5



(III) 、

10

dans un réacteur avec 32,2 g de carbonate de calcium, 31,0 g de bromure d'allyle et 200 g d'acétone, et on traite le mélange à reflux pendant 6 heures.

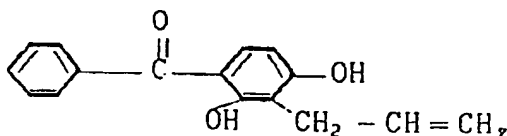
15

Le sel produit est filtré et concentré, on ajoute 200 g de toluène au résidu et le mélange est lavé à l'eau. Après avoir à nouveau éliminé le solvant sous pression réduite, le résidu est chauffé à 240-250°C, sous une pression réduite de 1,33 kPa (10 mm Hg)) pendant 2 heures et il est distillé

20

pour obtenir 52,0 g du dérivé d'allyle avec la formule :

25



30

Le dérivé d'allyle obtenu est un solide jaune clair avec un point d'ébullition de 220-230°C, sous une pression réduite de 0,67 kPa (5 mm Hg)), et un point de fusion de 158-165°C.

35

On utilise ensuite 20,0 g du dérivé d'allyle ci-dessus, 50,0 g de toluène, 0,05 g d'une solution à 2% en poids d'acide chloroplatinique dans du 2-propanol et 32,0 g du réactif II mentionné ci-dessus pour obtenir le composé organosilicique désiré comme dans l'exemple 1. Le produit, qui est obtenu avec un rendement de 43,0 g, a une viscosité de 624 cs à 25°C.

Les spectres infrarouges et ultraviolets du produit (concentration du soluté 1,28 mg/100 ml d'éthanol) sont indiqués respectivement sur la figure 3 et sur la figure 4, et sa solubilité dans diverses huiles siliconées est indiquée sur le Tableau 1.

D'après les résultats ci-dessus, on peut voir que, bien que le composé de type benzophénone utilisé comme produit de départ a lui-même une faible solubilité dans des huiles siliconées, le composé organosilicique obtenu par cette invention est extrêmement soluble. En outre, il absorbe fortement la lumière ultraviolette. On va maintenant donner quelques exemples de préparations cosmétiques obtenues en mélangeant les composés organosiliciques obtenus dans les exemples ci-dessus.

(Préparation 1)

Base huileuse

20

Composant (A);

kaolin	20% en poids
oxyde de titane	12% en poids
séricite	8% en poids
25 pigment de coloration	quantité appropriée

Composant (B);

cire de carnauba	4,0% en poids
diméthylpolysiloxane	5,0% en poids
30 (viscosité à 25°C : 50 cs)	
composé organosilicique obtenu dans l'exemple 1 :	8% en poids
octaméthylcyclotétrasiloxane	42% en poids
sesquioléate de sorbitane	1,0% en poids

35

Composant (C):

parfum	quantité appropriée
--------	---------------------

Après avoir agité le composant (B) à 70°C et avoir dissous les constituants pour obtenir une solution homogène, on ajoute le composant (A) et on agite pour le disperser, et on refroidit le produit. Le mélange résultant est malaxé
 5 trois fois dans un laminoir à trois cylindres, et on ajoute le composant (C) pour obtenir une base huileuse. Cette base huileuse présente une excellente absorption des ultraviolets, une bonne résistance à l'eau et s'étale facilement, et elle est agréable à utiliser.

10

(Préparation 2)

Base solide

15 Composant (A) :

oxyde de titane	20% en poids
mica	36% en poids
séricite	10% en poids
talc	10% en poids
20 pigment de coloration	quantité appropriée

Composant (B)

diméthylpolysiloxane	12,5% en poids
(viscosité à 25°C : 50 cs)	
25 composé organosilicique obtenu dans l'exemple 2 :	10% en poids
monooléate de glycérine lipophile	1,5% en poids
paraoxybenzoate de méthyle	quantité appropriée
parfum	quantité appropriée

30 Après avoir pulvérisé le composant (A) dans un laminoir à deux cylindres et après avoir ajouté le composant (B) sous la forme d'une solution homogène, le produit est agité et mélangé. Le mélange résultant est malaxé trois fois dans
 35 un laminoir à trois cylindres et on obtient une base solide.

Cette base solide présente une excellente absorption des

ultraviolets et une excellente résistance à l'eau, et elle est agréable à utiliser.

(Préparation 3)

5 Crème solaire

Composant (A) :

	octaméthylcyclotétrasiloxane	40% en poids
	composé organosilicique obtenu dans l'exemple 1 :	20% en poids
10	triméthylsiloxypolysilicate	25% en poids
	paraffine liquide	10% en poids
	cire de Carnauba	5% en poids

Composant (B) :

15	parfum	quantité appropriée
----	--------	---------------------

On agite le composant (A) à 80°C. Après avoir formé une solution homogène et après refroidissement, on ajoute le composant (B) et on obtient ainsi une crème solaire: cette
20 crème solaire présente une excellente absorption des ultraviolets et une excellente résistance à l'eau et elle est agréable à utiliser.

(Préparation 4)

25 Lait solaire

Composant (A) :

	décaméthylcycloheptasiloxane	7% en poids
	composé organosilicique obtenu dans l'exemple 2 :	3% en poids
30	diméthylpolysiloxane (viscosité à 25°C : 350 cs)	2% en poids
	acide stéarique	2% en poids
	monostéarate de glycérine	1% en poids
	auto-émulsifiant	1% en poids
	cétanol	1% en poids

35

Composé (B) :

	eau purifiée	72,5% en poids
	triéthanolamine	1% en poids

Composant (C)

parfum

0,8% en poids

On agite le composant (A) à 80°C. On ajoute ensuite au composant (A) le composant (B) qui a été chauffé à 80°C pour le dissoudre tout en continuant à agiter, le mélange est refroidi à 60°C. Après addition du composant (C) à la solution résultante, le mélange est refroidi à 30°C pour obtenir une crème capillaire. Cette crème capillaire a une excellente absorption des ultraviolets et est agréable à utiliser.

(Préparation 6)

Bâton de rouge à lèvres

15	Composant (A) :	
	méthylphénylpolysiloxane	46,5% en poids
	(viscosité à 25°C : 20 cs)	
	composé organosilicique obtenu dans l'exemple 2 :	10% en poids
	lanoline réduite	20% en poids
20	cire de Carnauba	4,5% en poids
	cire de Candelira	9% en poids
	cire de Cérésine	2,5% en poids
	cire d'abeilles blanchie	1,5% en poids
	beurre de cacao	4,0% en poids
25	ester d'acide gras de saccharose	2,0% en poids
	antioxydant	quantité appropriée

Composant (B) :

30	allantoïne	quantité appropriée
	laque d'aluminium rouge No 3	quantité appropriée

Composant (C) :

	parfum	quantité appropriée
--	--------	---------------------

35 Après agitation et dissolution du composant (A) à 85°C, on enlève une partie, on ajoute le composant (B) et le mélange est malaxé trois fois dans un laminoir à trois cylindres

pour obtenir une pâte colorée.

On ajoute ensuite cette pâte colorée au reste du composant (A) et on mélange dans un mélangeur de dispersion pour obtenir
 5 une dispersion uniforme. On ajoute ensuite le composant (C), le mélange est coulé dans un moule et refroidi ensuite rapidement pour obtenir un bâton de rouge à lèvres. Ce rouge à lèvres a une excellente absorption des ultraviolets et une excellente résistance à l'eau, un reflet brillant et
 10 il est agréable à utiliser.

(Préparation 7)

Fard à paupières

15 Composant (A) :

essence nacrée	10% en poids
bleu d'Outre-Mer	5% en poids

Composant (B) :

20 diméthylpolysiloxane (viscosité à 25°C : 20 cs)	28% en poids
octaméthylcyclotétrasiloxane	42% en poids
composé organosilicique obtenu dans l'exemple 1 :	5% en poids
lanoline réduite	5% en poids
25 cire microcristalline	5% en poids

Composant (C) :

parfum	quantité appropriée
--------	---------------------

30 Le composant (B) est agité et dissous à 80°C, puis on ajoute le composant (A) et on le disperse en agitant. Après avoir laissé refroidir, le composant (C) est ajouté et le mélange résultant est malaxé trois fois dans un laminoir à trois
 35 cylindres pour obtenir un fard pour paupières sous la forme d'une crème. Ce fard à paupières a une excellente absorption des ultraviolets, une excellente résistance à l'eau et il est agréable à utiliser.

(Préparation 8)

Mascara

Composant (A) :

5	isoparaffine	20% en poids
	octaméthylcyclotétrasiloxane	20% en poids
	composé organosilicique obtenu dans l'exemple 2 :	7% en poids
	stéarate d'aluminium	1% en poids

10

Composant (B) :

	bentonite	15% en poids
	méthylphénylpolysiloxane (viscosité à 25°C : 20 cs)	7% en poids
	cire de Candelira	10% en poids
15	polybutène hydrogéné	5% en poids
	paraoxybenzoate de méthyle	quantité appropriée

Composant (C) :

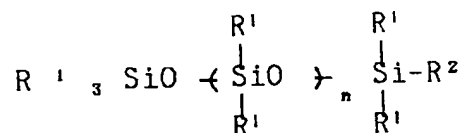
	kaolin	5% en poids
20	oxyde de fer noir	5% en poids

Le composant (A) est agité à 80°C pour former une solution analogue à un gel. Le composant (B), qui a été agité à 80°C jusqu'à ce qu'il soit homogène, est ajouté pour obtenir
 25 une dispersion uniforme; après refroidissement, on ajoute le composant (C). Le mélange résultant est ensuite malaxé trois fois dans un laminoir à trois cylindres pour obtenir un mascara. Ce mascara a une excellente absorption des ultra-
 30 violets, une excellente résistance à l'eau, et il est agréable à l'utiliser.

Les résultats ci-dessus montrent que le composé organosilicique de cette invention est très supérieur en tant qu'agent
 35 de composition dans des cosmétiques.

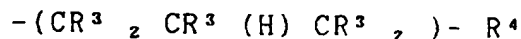
Revendications

1.- Composé organosilicique ayant une ossature de benzophénone représenté par la formule générale :



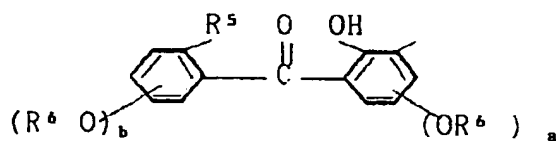
10

dans laquelle n est un nombre entier compris entre 0 et 100, R^1 désigne des groupes hydrocarbures saturés identiques ou différents avec un nombre d'atomes de carbone compris entre 1 et 30 ou un groupe phényle, R^2 est un groupe organique monofonctionnel représenté par la formule :



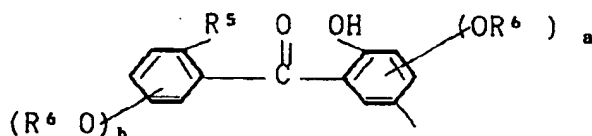
R^3 est un atome d'hydrogène ou un groupe hydrocarbure monofonctionnel saturé avec 1 à 7 atomes de carbone, et R^4 est un groupe représenté par la formule :

25



ou

30



35

dans laquelle R^5 est un atome d'hydrogène ou un groupe hydroxyle, R^6 désigne un atome d'hydrogène ou des groupes hydrocarbures

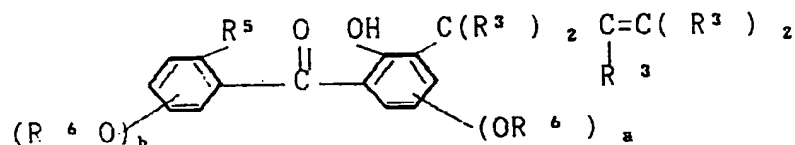
saturés ou non saturés monofonctionnels identiques ou différents avec 1 à 10 atomes de carbone, a est un nombre entier compris entre 0 et 3, et b est un nombre entier compris entre 0 et 4.

5

2.- Composé organosilicique selon la revendication 1, dans lequel n est un nombre entier compris entre 0 et 10.

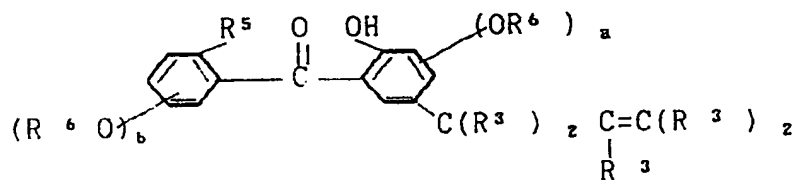
3.- Procédé pour produire le composé organosilicique de la revendication 1, consistant à préparer un précurseur d'allyle représenté par la formule générale :

15



ou

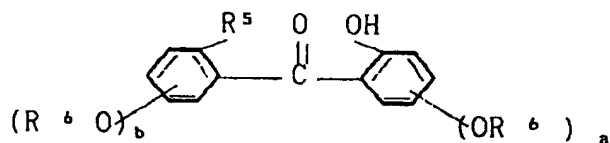
20



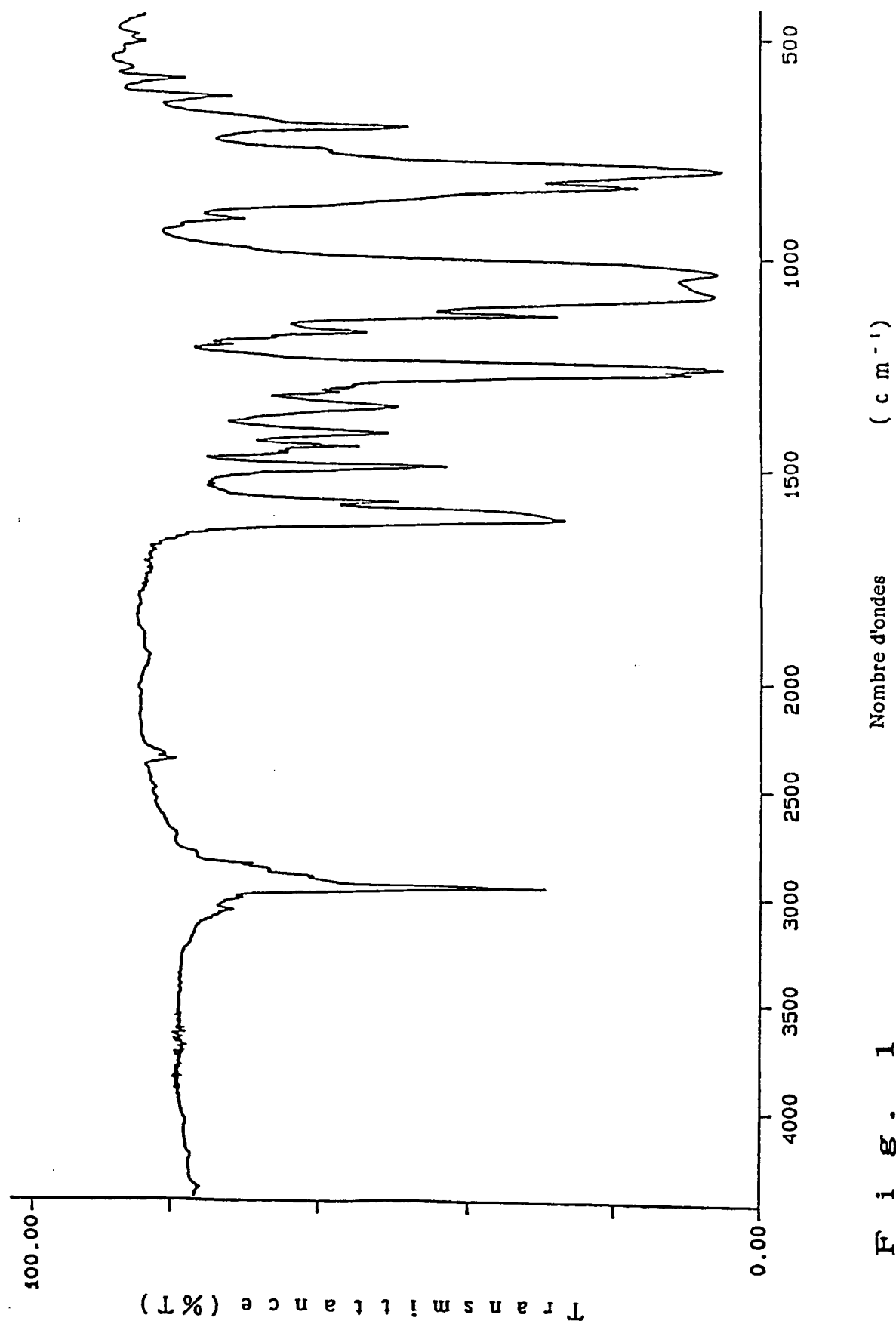
25

en utilisant comme produit de départ le composé de benzophénone, dans lequel au moins une position, soit ortho, soit para, contre le(s) groupe(s) OH phénolique(s) est(sont) non substitué(s), représenté par la formule générale :

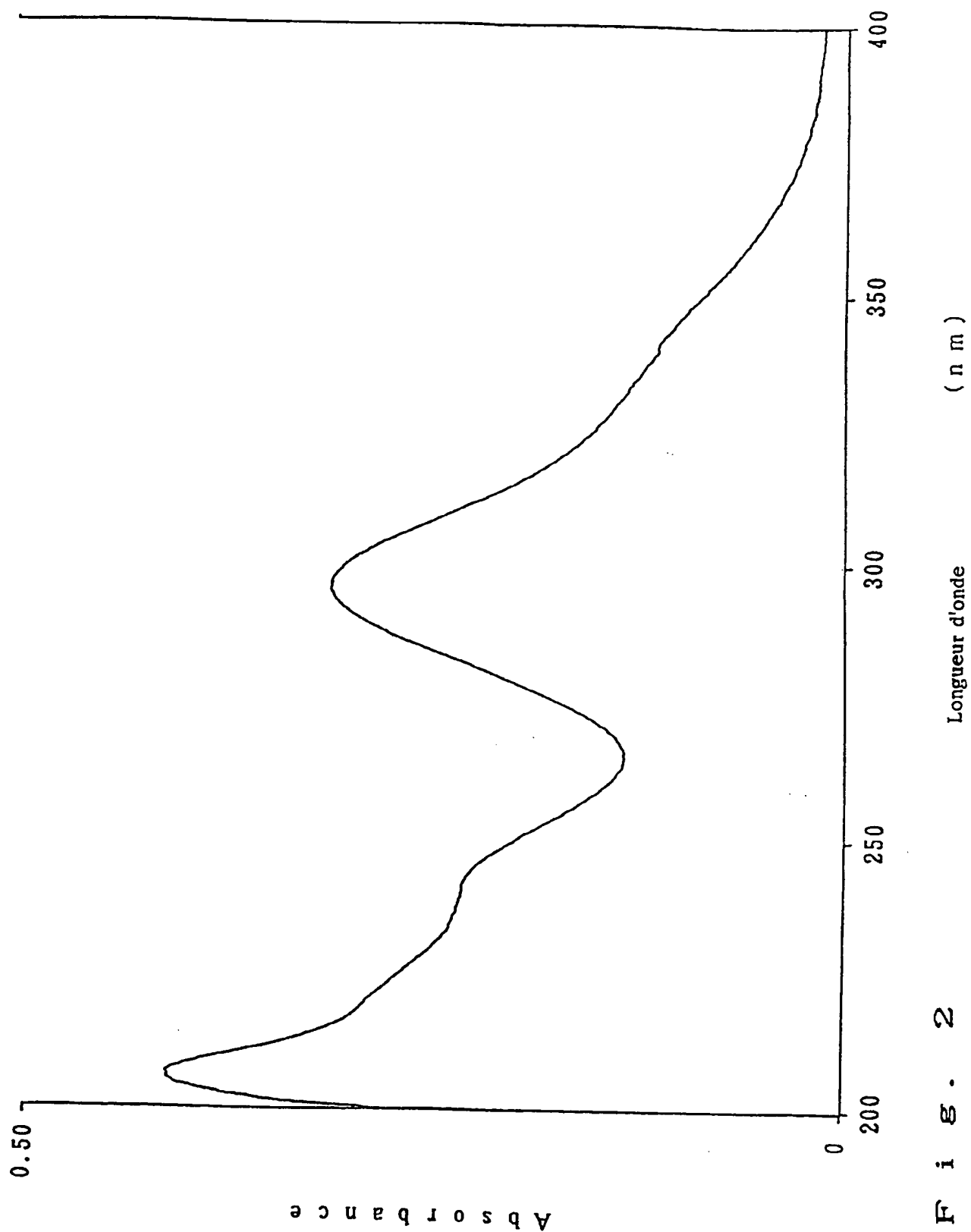
35



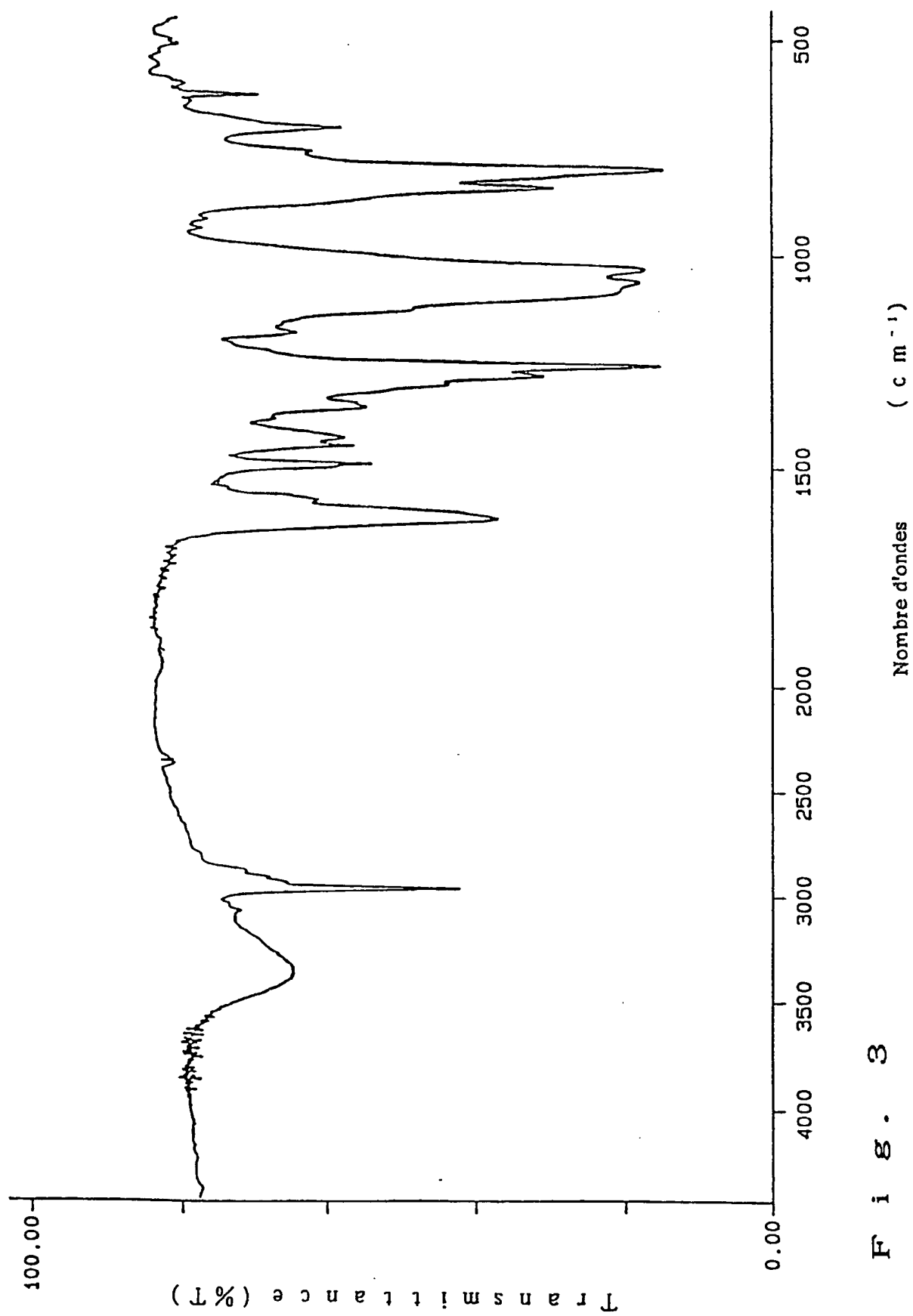
et en effectuant ensuite une réaction d'hydrosilylation, R^3 , R^5 , R^6 , a et b ayant les mêmes significations que dans la revendication 1.



F i g . 1



F i g . 2



F i g . 3

